



㉑ Anmelder:  
Hüls AG, 4370 Marl, DE

㉒ Erfinder:  
Sridhar, Srinivasan, Dr., 4370 Marl, DE

⑤④ Verfahren zum Rückgewinnen eines gelösten ionogenen Stoffes

Ionogene Stoffe lassen sich durch Diffusions- oder Elektrodialyse aus gegebenenfalls verunreinigten wäßrigen Lösungen abtrennen; die erhaltene reine Lösung hat eine niedrigere Konzentration als die vorgelegte Lösung. Für die Diffusionsdialyse wird eine große Membranfläche benötigt. Mit dem neuen Verfahren erhält man eine reine Lösung des ionogenen Stoffes, deren Konzentration genau so groß wie oder größer als die Konzentration der vorgelegten verunreinigten Lösung ist. Außerdem wird für die Diffusionsdialyse eine nur mäßig große Membranfläche benötigt. Bei dem neuen Verfahren werden bezüglich der Abgebers- tröme eine Diffusionsdialysestufe und eine Elektrodialysestufe parallel geschaltet; beiden Stufen ist eine weitere Elektrodialysestufe nachgeschaltet. Bezüglich der Aufnehmerströme sind beide Elektrodialysestufen hintereinander geschaltet; die Diffusionsdialysestufe ist einer Elektrodialysestufe parallel geschaltet.

Rückgewinnen von konzentrierten reinen Lösungen organischer und anorganischer Säuren und Laugen aus mit nicht-ionogenen Stoffen verunreinigten Lösungen, z. B. Schwefelsäure oder Äpfelsäure aus filtrierter Fermenterbrühe.

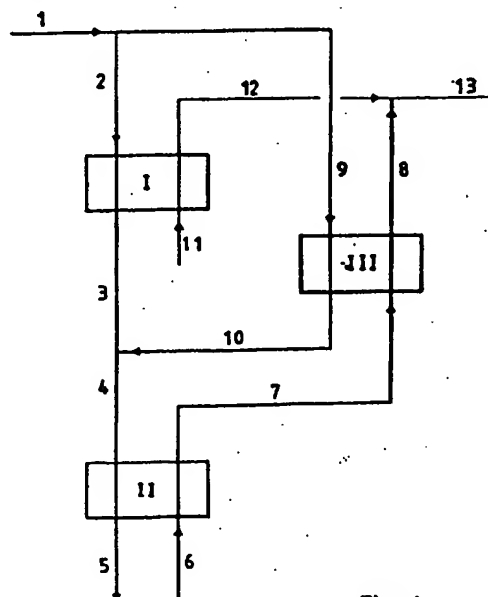


Fig. 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Rückgewinnen eines reinen ionogenen Stoffes in wäbriger Lösung aus einer verunreinigten Lösung des ionogenen Stoffes.

Die Erfindung bezweckt, reine ionogene Stoffe in wäbriger Lösung mit relativ großer Konzentration auf wirtschaftliche Weise aus verunreinigten Lösungen zurückzugewinnen. Unter ionogenen Stoffen werden anorganische und organische Säuren und Laugen verstanden.

Bei verschiedenen technischen Prozessen fällt ein ionogener Stoff in Form einer wäbrigen Lösung als Nebenprodukt oder als nicht verbrauchter Restbestandteil an, was ein Umweltproblem und gegebenenfalls auch einen Verlust an Wertstoff darstellt. Eine Verdünnung und Neutralisation mit anschließender Ableitung als Abwasser ist unzweckmäßig. Eine Rückführung der Lösung ohne jegliche Vorbehandlung ist ebenfalls nicht sinnvoll. In der Regel ist die Lösung des ionogenen Stoffes zu verdünnt und mit prozeßbedingten Verunreinigungen behaftet. Die Wiederverwendung des ionogenen Stoffes setzt ein wirksames und wirtschaftliches Verfahren voraus, mit dem man den ionogenen Stoff in einer reinen und möglichst konzentrierten Form rückgewinnen kann.

Eine schwersiedende Säure — z.B. Schwefelsäure — kann durch Eindampfen aufkonzentriert werden, jedoch verbleiben die hochsiedenden Verunreinigungen dabei in der Säure. Eine Spaltung der Säure mit Gewinnung der reinen Säure zunächst als Schwefeltrioxid ist ebenfalls wenig günstig, denn die Gasphase enthält neben Schwefeltrioxid auch die gasförmigen Zersetzungsprodukte der Verunreinigungen; ferner ist diese Maßnahme wirtschaftlich recht aufwendig. Wenn es sich um ionogene Stoffe handelt, die thermisch instabil sind, kommen die obengenannten Methoden nicht in Betracht.

Es ist bekannt, daß man einen Stoff durch einfache Dialyse (Diffusionsdialyse) über eine Membran unter Einwirkung eines Konzentrationsgradienten als treibende Kraft aus einer verunreinigten und konzentrierten in eine reine verdünnte Lösung überführen kann, sofern die Membran für diesen Stoff durchlässig ist, aber für die Verunreinigungen undurchlässig ist. Dieses Verfahren kann nur eine Lösung mit geringerer Konzentration als derjenigen der verunreinigten Lösung liefern.

Ferner ist die Elektrodialyse bekannt, die einen ionogenen Stoff unter Einsatz einer ionenselektiven Membran in einem elektrischen Feld von einer Lösung in eine andere Lösung überführt.

Zur Rückgewinnung von Salpetersäure und Flußsäure ist ein Verfahren angegeben worden, bei dem die verunreinigten Säuren zunächst durch Diffusionsdialyse verarmt werden und anschließend die restliche Säure durch Elektrodialyse rückgewonnen wird (Kobuchi et al. in "Synth. Polymer Membranes", Verlag W. de Gruyter, Berlin (1987), Seite 424).

Sowohl die Diffusionsdialyse als auch deren Kombination mit der Elektrodialyse können nach den bisher beschriebenen Methoden zwar eine reine Lösung eines (ionogenen) Stoffes liefern, die aber grundsätzlich in einer verdünnteren Form als die ursprüngliche verunreinigte Lösung vorliegt. Dieses ist unbefriedigend, da in der Regel eine weitere Konzentrierung des gelösten Stoffes erforderlich ist.

Damit stellt sich die Aufgabe, ein Rückgewinnungsverfahren auf Basis der Membrantechnologie zu finden, mit dem man nicht nur eine reine Lösung des rückgewonnenen ionogenen Stoffes erhält, sondern auch eine Lösung zumindest in gleicher Konzentration, möglichst sogar in einer höheren Konzentration als die ursprüngliche verunreinigte Lösung.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch ein Verfahren mit den kennzeichnenden Merkmalen des Anspruchs 1. Der bekannten Kombination von Diffusionsdialyse und Elektrodialyse wird eine weitere Elektrodialysestufe zugeschaltet, in der ein Teil des ionogenen Stoffes aus der verunreinigten Lösung in eine reine Lösung des ionogenen Stoffes überführt wird und in dieser Lösung die Konzentration des ionogenen Stoffes erhöht. Dazu wird die verunreinigte Lösung in zwei Teilströme aufgeteilt.

Werden 50 bis 90%, vorzugsweise 60 bis 80%, des Stromes der verunreinigten Lösung der Diffusionsdialyse vorgelegt und der Rest der verunreinigten Lösung der zugeschalteten Elektrodialyse, erhält man einen Reinstrom mit einer Konzentration des gelösten ionogenen Stoffes, die gleich oder annähernd gleich der Konzentration in der verunreinigten Lösung ist. Werden nur 10 bis 50%, vorzugsweise 20 bis 40%, des Stromes der verunreinigten Lösung der Diffusionsdialyse vorgelegt und der Rest der verunreinigten Lösung der zugeschalteten Elektrodialyse, erhält man einen Reinstrom mit einer Konzentration des ionogenen Stoffes, die größer ist als die Konzentration in der verunreinigten Lösung.

Bei der Rückgewinnung von Schwefelsäure aus einer mit niedermolekularen organischen Bestandteilen verunreinigten Lösung von 10- bis 30-prozentiger Schwefelsäure kann man unter den in Anspruch 6 angegebenen Bedingungen reine Schwefelsäure in einer Konzentration von 15 bis 40% erhalten. Die Diffusionsdialyse wird bei 20 bis 60°C, vorzugsweise 25 bis 30°C, und die Elektrodialyse in beiden Stufen bei 10 bis 60°C, vorzugsweise 25 bis 30°C, durchgeführt. Die Stromdichte in den Elektrodialysestufen beträgt 5 bis 80 mA/cm<sup>2</sup>, vorzugsweise 10 bis 60 mA/cm<sup>2</sup>, und in der zugeschalteten Stufe 10 bis 120 mA/cm<sup>2</sup>, vorzugsweise 20 bis 100 mA/cm<sup>2</sup>.

Die drei Dialysestufen können alle oder einzeln kontinuierlich, diskontinuierlich oder halbkontinuierlich betrieben werden.

Weitere Einzelheiten des erfindungsgemäßen Verfahrens werden an Hand der Fig. 1 dargestellt. Die verunreinigte Lösung des ionogenen Stoffes in Strom (1) wird in die Teilströme (2) und (9) aufgeteilt. Der Teilstrom (2) wird als Abgeberstrom in Stufe (I) durch Diffusionsdialyse verarmt. Der verunreinigte verarmte Strom (3) gelangt als Abgeberstrom in die Stufe (II), in der er durch Elektrodialyse weiter an gelöstem ionogenen Stoff verarmt wird. Die nichtionogenen Verunreinigungen im Strom (2) verbleiben praktisch vollständig in Strom (3) und verlassen die Stufe (II) mit dem Strom (5), der annähernd frei vom ionogenen Stoff ist. In die Stufen (I) und (II) wird Wasser als Aufnehmerstrom (11) bzw. (6) eingeleitet. Es erscheint der Reinstrom (12), der prinzipiell eine niedrigere Konzentration an ionogenem Stoff als diejenige im Strom (2) aufweist, sowie der Reinstrom (7).

Der andere Teilstrom (9) wird einer weiteren Elektrodialysestufe (III) als Abgeberstrom zugeführt, in der weiterer ionogener Stoff in den Reinstrom (8) aus der Stufe (II) als Aufnehmerstrom überführt wird. Der verarmte verunreinigte Strom (10) wird dem Strom (3) beigemischt und gelangt als Abgeberstrom (4) in die Stufe (II). In der Stufe (III) wird die relativ verdünnte reine Lösung des ionogenen Stoffes in Strom (7) als Aufnehmerstrom weiter aufkonzentriert. Der Reinstrom (8) hat eine höhere Konzentration an ionogenem Stoff als der verunreinigte Strom (9). Durch Mischen mit dem Reinstrom (12) aus der Stufe (I), der prinzipiell eine niedrigere Konzentration als der Strom (2) hat, wird eine Konzentration im Reinstrom (13) erreicht, die größer, gleich oder annähernd gleich derjenigen in Strom (1) ist. Wird der Reinstrom (13) durch Eindampfen weiter aufkonzentriert, beispielsweise zur Gewinnung von weitgehend wasserfreier Schwefelsäure, fällt dabei säurefreies Wasser als Destillat an. Dieses kann teilweise oder ganz in die Ströme (6) und/oder (11) eingeleitet werden. Der Strom (5) besteht im wesentlichen aus Wasser und ist praktisch frei von ionogenem Stoff. Er enthält die im Strom (1) vorhandenen nichtionogenen Verunreinigungen und wird gemäß dem Stand der Technik aufgearbeitet.

In den Elektrodialysestufen (II) und (III) kann man mehrere Membranstapel einsetzen, die bezüglich der in diese Stufen eintretenden Abgeberströme (3) und (9) sowie bezüglich der in diese Stufen eintretenden Aufnehmerströme (6) und (7) hintereinandergeschaltet werden. Den die Stufe (III) verlassenden Strom (10) kann man dann zwischen zwei zur Stufe (II) gehörenden Membranstapeln in den verunreinigten Abgeberstrom einleiten, oder man kann den Strom (10) aufteilen und an verschiedenen Stellen zwischen den zur Stufe (II) gehörenden Membranstapeln in den verunreinigten Abgeberstrom einleiten. Entsprechend kann man den Reinstrom (12) aus Stufe (I) gegebenenfalls ganz oder teilweise an einer oder mehreren Stellen in den Aufnehmerstrom zwischen die mehrere Membranstapel umfassende Stufe (III) einleiten.

Um Konzentrationsunterschiede in den Zellen zu vermeiden, kann ein Teil jedes eine Zelle verlassenden Stromes in den in die Zelle eintretenden Strom zurückgepumpt werden, d. h. ein Teil aus Strom (3) in Strom (2), aus Strom (12) in Strom (11), aus Strom (5) in Strom (4), aus Strom (7) in Strom (6), aus Strom (10) in Strom (9) sowie aus Strom (8) in Strom (7); diese Umwälzkreisläufe sind in Fig. 1 nicht dargestellt. Durch das Umpumpen werden in den Zellen ein Umlaufstrom und eine bestimmte Strömungsgeschwindigkeit aufrechterhalten. Auch durch jede Elektrodenkammer wird ein Umlaufstrom gepumpt.

Ein für die Elektrodialysestufen (II) und (III) geeigneter Membranstapel zwecks Elektrodialyse einer Säurelösung ist als Beispiel in Fig. 2 dargestellt. Der Membranstapel enthält stets eine gerade Anzahl von Zellen — in Fig. 2 acht Zellen — und zusätzlich zwei Elektrodenkammern. (A) und (K) bezeichnen Anionen- bzw. Kationenaustauschmembranen. Die Elektrodenkammern für die Elektrodialyse einer Säurelösung werden jeweils bevorzugt von einer Kationenaustauschmembran begrenzt, damit nur Wasserstoffionen aus der Anodenkammer und in die Kathodenkammer wandern können; die Elektrodenkammern können auch von einer nicht ausgesprochen kationenaktiven Membran, die aber für Wasserstoffionen durchlässig ist, begrenzt werden. Die Elektrodenkammern werden mit einer reinen Lösung einer Säure gefüllt, deren Konzentration in der Nähe der Konzentration der benachbarten Zelle liegt.

Der Membranstapel wird von vier Strömen gespeist:

- dem Rohsäurestrom (a),
- dem Reinsäurestrom (b),
- dem Anodenkreislaufstrom (c),
- dem Kathodenkreislaufstrom (d).

Ein für die Elektrodialysestufen (II) und (III) geeigneter Membranstapel zwecks Elektrodialyse einer Laugelösung ist analog aufgebaut und wird analog betrieben. Die Elektrodenkammern werden in diesem Fall jeweils bevorzugt von einer Anionenaustauschmembran begrenzt, damit nur Hydroxylionen aus der Kathodenkammer und in die Anodenkammer wandern können; die Elektrodenkammern können auch von einer nicht ausgesprochen anionenaktiven Membran, die aber für Hydroxylionen durchlässig ist, begrenzt werden.

Die Ströme werden gegebenenfalls durch Kühlen auf der gewünschten Temperatur gehalten.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat folgende Vorteile:

- Die Diffusionsdialysestufe (I), die hinsichtlich des Bedarf an Membranfläche besonders aufwendig ist, wird erheblich entlastet.
- Der Reinstrom (8) oder der Sammelstrom (13) kann in einen technischen Prozeß, bei dem die reine Lösung des ionogenen Stoffes benötigt wird, unmittelbar zurückgeführt werden.
- Bei mehreren Membranstapeln in den Elektrodialysestufen (II) und (III) kann der Strom (10) und gegebenenfalls der Strom (12) an einer für das gesamte Rückgewinnungsverfahren günstigen Stelle in die Stufe (II) bzw. (III) geleitet werden.
- Der in der vorgelegten wäßrigen Lösung enthaltene ionogene Stoff wird zu mehr als 95 Massenprozent zurückgewonnen.
- Das in der als Strom (1) vorgelegten wäßrigen Lösung enthaltene Wasser geht in den beiden Elektrodialysestufen wegen der Wasserwanderung teilweise in den Reinstrom über, und zwar zu 10 bis 50 Massenprozent. Dadurch wird der die Stufe (II) verlassende Strom (5) mengenmäßig kleiner, was für dessen Weiterbehandlung günstig ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird in den folgenden Beispielen näher erläutert, ohne darauf beschränkt zu sein.

## Apparateanordnung für die Beispiele

Für die Rückgewinnung einer Säure wurde die in Fig. 1 dargestellte Anordnung mit einer Diffusionsdialysestufe (I) und den beiden Elektrodialysestufen (II) und (III) eingesetzt. Beide Elektrodialysestufen bestanden aus einem Membranstapel entsprechend Fig. 2; weitere Einzelheiten enthält Tabelle 1.

Im folgenden bedeuten die Prozentangaben stets Massen-Prozent.

## Beispiel 1: Rückgewinnung von Schwefelsäure

Die verunreinigte Lösung eines ionogenen Stoffes bestand aus einer wäßrigen Lösung mit 25%  $H_2SO_4$  und enthielt als nichtionogene Verunreinigung 0,2% Kohlenstoff in Form niedermolekularer organischer Verbindungen. Von dieser Lösung wurden 10,0 kg/h als Strom (1) vorgelegt, der zu 40% auf den Strom (2) und zu 60% auf den Strom (9) aufgeteilt wurde.

Zum Anfahren wurde der Strom (6) mit Schwefelsäure angesäuert. Die Kreisläufe durch die Elektrodenkammern wurden mit Schwefelsäure gefüllt; deren Konzentration betrug etwa 2% bzw. etwa 25% in der Stufe (II) sowie etwa 15% bzw. 25% in der Stufe (III).

In allen Zellen wurde ein Umlaufstrom von ca. 130 l/h aufrechterhalten, was einer Strömungsgeschwindigkeit durch die Zellen von mehr als 5 cm/s (bezogen auf leere Zellen) entsprach. Durch die Elektrodenkammern wurde ein Umlaufstrom von ca. 100 l/h eingestellt. Die Dialyse in allen drei Stufen verlief bei Raumtemperatur. Die Stromdichte in den beiden Elektrodialysestufen betrug ca. 50 mA/cm<sup>2</sup>.

Nach einer Anfahrzeit von ca. 1 h haben sich die in Tabelle 2 angegebenen Ströme eingestellt. Die Wasserrwanderung betrug in der

Diffusionsdialysestufe (I)	0,17 kg/h aus Strom (11) in Strom (3)
Elektrodialysestufe (II)	1,58 kg/h aus Strom (4) in Strom (7)
Elektrodialysestufe (III)	2,25 kg/h aus Strom (9) in Strom (8).

In der Stufe (I) wandert das Wasser der Säure entgegen, in den Stufen (II) und (III) wandert das Wasser in derselben Richtung wie die Säure.

Der die Elektrodialysestufe (II) verlassende Strom (5) bestand aus einprozentiger Schwefelsäure; dieser Strom nahm die gesamten in Strom (1) enthaltenen nichtionogenen Verunreinigungen mit.

Von der vorgelegten  $H_2SO_4$ -Menge wurden

in Stufe (I)	30,0% aus Strom (2) in Strom (12),
in Stufe (II)	23,4% aus Strom (4) in Strom (7),
in Stufe (III)	45,0% aus Strom (9) in Strom (8)

überführt.

Damit wurden in den Stufen (II) und (III) mehr als 50% der vorgelegten  $H_2SO_4$ -Menge zurückgewonnen; gleichzeitig entstand in Strom (13) eine Säure-Konzentration von 27,1% und in Strom (8) von 30,2%; beide Konzentrationen sind größer als die vorgelegte Konzentration von 25%.

Die Reinsäure in Strom (13) enthielt weniger als 0,04% Kohlenstoff, die nichtionogenen niedermolekularen organischen Verbindungen waren also ganz überwiegend in Strom (5) verblieben.

Der Strom (13) enthielt 98,4% der vorgelegten  $H_2SO_4$ -Menge sowie 58% der in Strom (1) vorgelegten Wassermenge.

## Beispiel 2: Rückgewinnung von Äpfelsäure

Die mit nichtionogenen Stoffen verunreinigte Lösung eines ionogenen Stoffes bestand aus einer wäßrigen Lösung von Äpfelsäure (Hydroxybernsteinsäure,  $C_4H_6O_5$ ), die durch (elektrodialytische) Umsetzung von Ammoniummalat gewonnen worden war; diese Lösung enthielt 17% Äpfelsäure und 0,6  $NH_3$ . Von dieser Lösung wurden 10,0 kg/h als Strom (1) vorgelegt, der zu 70% auf den Strom (2) und zu 30% auf den Strom (9) aufgeteilt wurde.

Zum Anfahren wurde der Strom (6) mit Äpfelsäure angesäuert. Die Kreisläufe in den Elektrodenkammern wurden mit Äpfelsäure-Lösung gefüllt; deren Konzentration betrug etwa 1% bzw. 15% in der Stufe (II) sowie etwa 10% bzw. etwa 20% in der Stufe (III).

In den Zellen wurde ein Umlaufstrom von ca. 140 l/h aufrechterhalten, was einer Strömungsgeschwindigkeit durch die Zellen von ca. 5 cm/s (bezogen auf leere Zellen) entsprach. Durch die Elektrodenkammern wurde ein Umlaufstrom von ca. 100 l/h eingestellt. Die Dialyse verlief in allen drei Stufen bei Raumtemperatur. Die Stromdichte betrug ca. 10 mA/cm<sup>2</sup> in Stufe (II) und ca. 20 mA/cm<sup>2</sup> in Stufe (III).

Nach einer Anfahrzeit von ca. 1 h haben sich die in Tabelle 3 angegebenen Ströme eingestellt.

Der die Elektrodialysestufe (II) verlassende Strom (5) bestand aus 0,4 prozentiger Äpfelsäure; dieser Strom nahm die gesamten in Strom (1) enthaltenen nichtionogenen Verunreinigungen mit.

Von der vorgelegten Äpfelsäure-Menge wurden

in Stufe (I) 60,0% aus Strom (2) in Strom (12),  
 in Stufe (II) 18,8% aus Strom (4) in Strom (7),  
 in Stufe (III) 19,4% aus Strom (9) in Strom (8)

5

überführt.

In Strom (13) entstand eine Säure-Konzentration von 16,9% und in Strom (8) von 21%; die erste Konzentration ist praktisch genau so groß wie die vorgelegte Konzentration von 17%, die zweite Konzentration ist etwas größer.

Der Strom (13) enthielt 98,2% der vorgelegten Äpfelsäure-Menge sowie 15,7% der in Strom (1) vorgelegten Wassermenge.

10

Tabelle 1

## Einzelheiten zum Elektrodialysestapel für die Rückgewinnung einer Säure

15

Zellenabmessungen	10 cm × 10 cm	
Zellendicke	2 mm	
Membrandicke	0,2 mm	
Materialien:		
Anströmplatten	Polykarbonat	20
Zellenrahmen	Polykarbonat	
Abstandhalter	Polyäthylen	
Membranen	Typ CM1 und AM1 von Tokuyama Soda (im wesentlichen: Styrol-Divinylbenzol)	25
Schlauchverschraubungen	Polypropylen	
Dichtungen	Silikon	
Schläuche	Silikon oder PVC	
Behälter und Leitungen	Glas	
Kathode	VA-Stahl 1,4571	30
Anode	platinisiertes Titan	

Tabelle 2

35

Rückgewinnung von Schwefelsäure (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

Die in Fig. 1 angegebenen Ströme hatten im Beispiel 1 folgende Zusammensetzung

Strom Nr.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> kg/h	H <sub>2</sub> O kg/h	Flüssigkeitsmenge kg/h	Konzentration an H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> %	
1	2,500	7,500	10,000	25,0	45
2	1,000	3,000	4,000	25,0	
3	0,250	3,170	3,420	7,3	
4	0,625	5,420	6,045	10,3	
5	0,040	3,840	3,880	1,0	
6	0	0,120	0,120	0	50
7	0,585	1,700	2,285	25,6	
8	1,710	3,950	5,660	30,2	
9	1,500	4,500	6,000	25,0	
10	0,375	2,250	2,625	14,3	
11	0	2,830	2,830	0	55
12	0,750	2,660	3,140	22,0	
13	2,460	6,610	9,070	27,1	

60

65

Tabelle 3

Rückgewinnung von Äpfelsäure ( $C_4H_6O_5$ )

Die in Fig. 1 angegebenen Ströme hatten im Beispiel 2 folgende Zusammensetzung

Strom Nr.	$C_4H_6O_5$ kg/h	$H_2O$ kg/h	Flüssigkeitsmenge kg/h	Konzentration an $C_4H_6O_5$ %
1	1,70	8,30	10,00	17,0
2	1,19	5,81	7,00	17,0
3	0,17	5,98	6,15	2,8
4	0,35	7,81	8,16	4,3
5	0,03	7,17	7,20	0,4
6	0	1,15	1,15	0
7	0,32	1,79	2,11	15,2
8	0,65	2,45	3,10	21,0
9	0,51	2,49	3,00	17,0
10	0,18	1,83	2,01	9,0
11	0	5,95	5,95	0
12	1,02	5,78	6,80	15,0
13	1,67	8,23	9,90	16,9

## Patentansprüche

- Verfahren zum Rückgewinnen eines reinen ionogenen Stoffes in wäßriger Lösung aus einer mit nichtionogenen Stoffen verunreinigten Lösung des ionogenen Stoffes mittels Dialyse, gekennzeichnet durch
  - Aufteilen der verunreinigten Lösung in zwei Teilströme (2) und (9),
  - Überführen eines Teils des ionogenen Stoffes mittels Diffusionsdialyse in der Stufe (I) aus dem Teilstrom (2) in den Reinstrom (12),
  - Überführen eines Teils des ionogenen Stoffes mittels Elektrodialyse in der Stufe (III) aus dem verunreinigten Teilstrom (9) in den Reinstrom (8),
  - Zusammenführen des die Stufe (I) bzw. (III) verlassenden an ionogenen Stoff verarmten verunreinigten Stromes (10) mit dem Strom (3) zum Strom (4),
  - Überführen des Restes des ionogenen Stoffes mittels Elektrodialyse in der Stufe (II) aus dem Strom (4) in den Reinstrom (7) sowie Ableiten des Stromes (5), der frei von ionogenen Stoff ist und der sämtliche nichtionogenen Verunreinigungen enthält,
  - Einleiten des Wasserstromes (11) bzw. (6) in die Stufe (I) bzw. (II),
  - Entnehmen des die Stufe (III) verlassenden Reinstromes (8) und des die Stufe (I) verlassenden Reinstromes (12) oder Entnehmen des aus den Reinstromen (8) und (12) bestehenden Sammelstromes (13).
- Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch
  - Aufteilen der verunreinigten Lösung in zwei Teilströme, wobei auf den Teilstrom (2) 50 bis 90%, vorzugsweise 60 bis 80%, des Stromes (1) entfallen und auf den Teilstrom (9) der Rest des Stromes (1), und
  - Entnehmen des Sammelstromes (13), der den ionogenen Stoff in reiner Form und in gleich großer oder annähernd gleich großer Konzentration wie im verunreinigten Strom (1) enthält.
- Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch
  - Aufteilen der verunreinigten Lösung in zwei Teilströme, wobei auf den Teilstrom (2) 10 bis 50%, vorzugsweise 20 bis 40%, des Stromes (1) entfallen und auf den Teilstrom (9) der Rest des Stromes (1), und
  - Entnehmen des Sammelstromes (13), der den ionogenen Stoff in reiner Form und in einer größeren Konzentration als im verunreinigten Strom (1) enthält.
- Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, gekennzeichnet durch
  - Überführen eines Teils des ionogenen Stoffes in Stufe (I) bei 20 bis 60°C, vorzugsweise 25 bis 30°C, und in den Stufen (II) und (III) bei 10 bis 60°C, vorzugsweise 25 bis 30°C.
- Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, gekennzeichnet durch
  - Überführen eines Teils des ionogenen Stoffes in Stufe (II) bzw. (III) bei einer Stromdichte von 5 bis 80 mA/cm<sup>2</sup>, vorzugsweise 10 bis 60 mA/cm<sup>2</sup>, bzw. 10 bis 120 mA/cm<sup>2</sup>, vorzugsweise 20 bis 100 mA/cm<sup>2</sup>.
- Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, gekennzeichnet durch
  - eine mit niedermolekularen nichtionogenen Bestandteilen verunreinigte Lösung, die 10 bis 30 Massen-%, vorzugsweise 20 bis 25 Massen-%, Schwefelsäure als ionogenen Stoff enthält,
  - Überführen eines Teils der Schwefelsäure in Stufe (I) in den Strom (12), bis die Säurekonzentration im Strom (3) auf 1 bis 15 Massen-%, vorzugsweise 4 bis 8 Massen-%, gesunken ist, und Überführen des restlichen Teils der Schwefelsäure in Stufe (II) in den Strom (7), bis die Konzentration im Strom (5) auf

0,1 bis 2 Massen-%, vorzugsweise 0,4 bis 1,5 Massen-%, gesunken ist und in Strom (7) auf 5 bis 30 Massen-%, vorzugsweise 23 bis 26 Massen-%, gestiegen ist,  
 – Entnehmen des Reinstromes (12) mit einer Konzentration von 10 bis 30 Massen-%, vorzugsweise 15 bis 25 Massen-%, und des Reinstromes (8) mit einer Konzentration von 15 bis 40 Massen-%, vorzugsweise 25 bis 30 Massen-%.

7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, gekennzeichnet durch,

– eine mit niedermolekularen nichtionogenen Bestandteilen verunreinigte Lösung, die Äpfelsäure als ionogenen Stoff enthält, in einer Konzentration, die zwischen 5 Massen-% und der Sättigungskonzentration liegt,  
 – Überführen eines Teils der Äpfelsäure in Stufe (I) in den Strom (12), bis die Säurekonzentration im Strom (3) auf 1 bis 5 Massen-%, vorzugsweise 1,5 bis 3 Massen-%, gesunken ist, und Überführen des restlichen Teils der Äpfelsäure in Stufe (II) in den Strom (7), bis die Konzentration im Strom (5) auf 0,1 bis 1 Massen-% gesunken ist und in Strom (7) auf 10 bis 20 Massen-% gestiegen ist.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

3812183

O.Z. 4314

Nummer:  
Int. Cl.4:  
Anmeldetag:  
Offenlegungstag:

38 12 183  
B 01 D 13/02  
13. April 1988  
26. Oktober 1989

15 \*

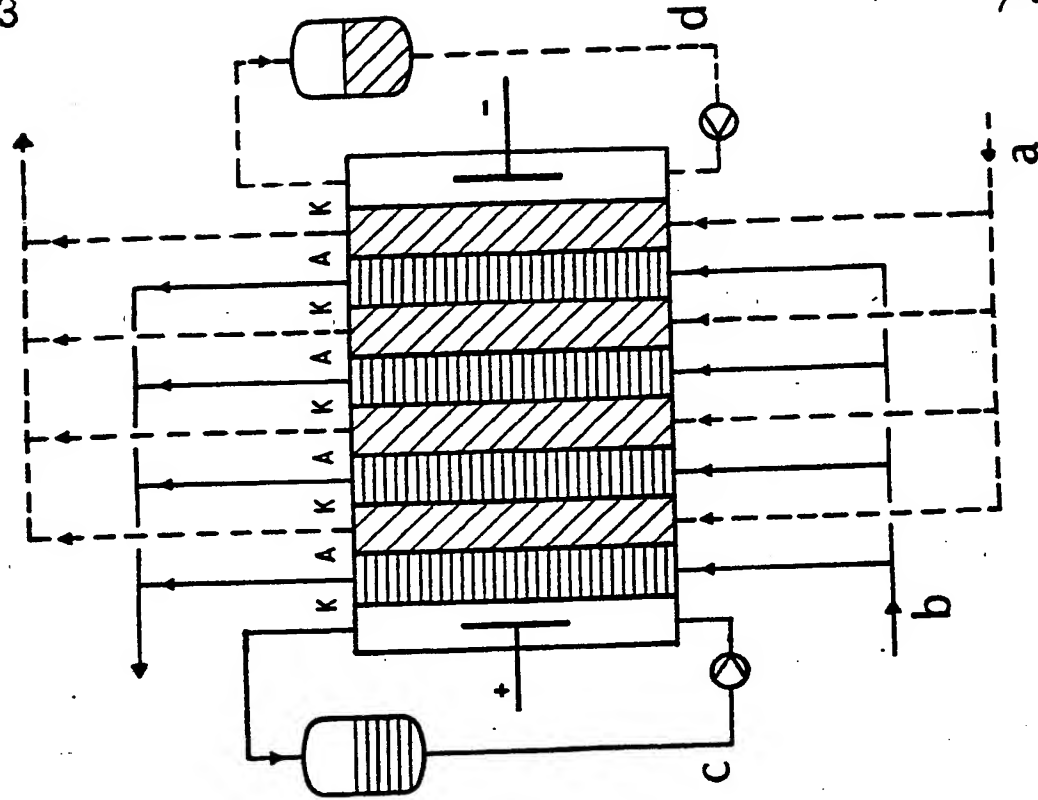


Fig. 2

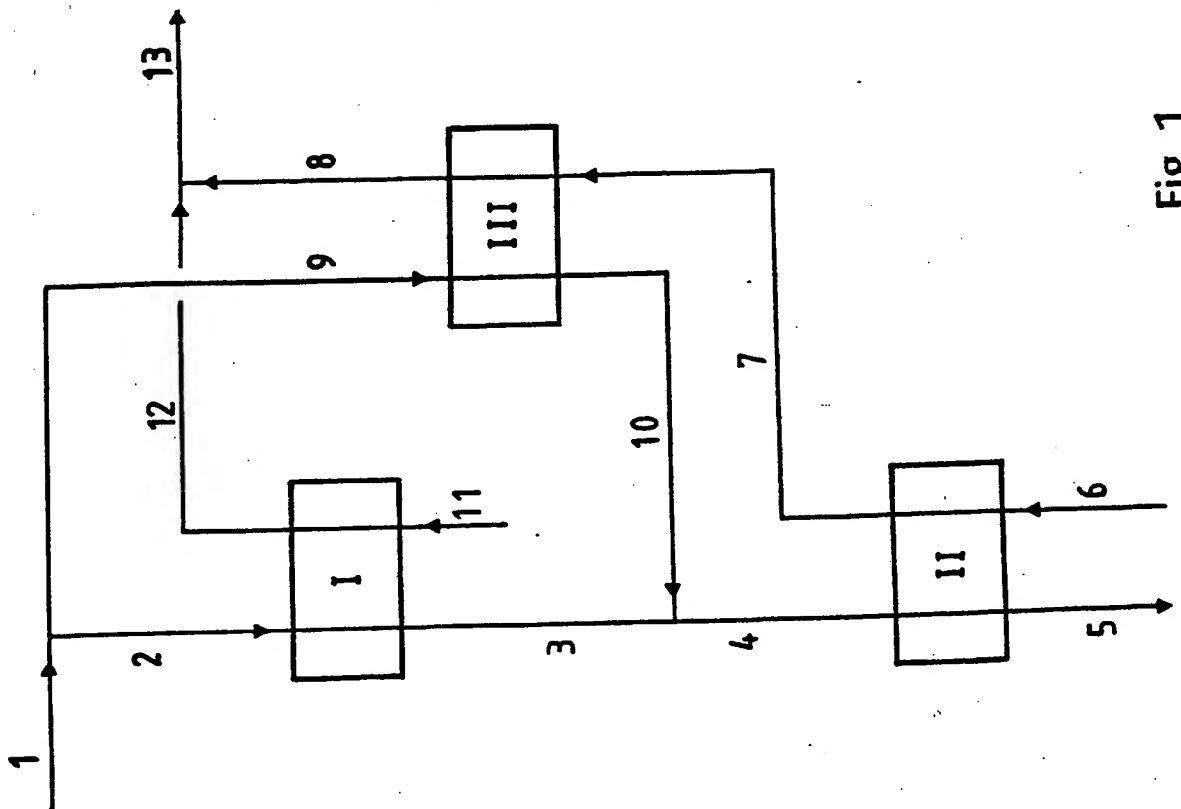


Fig. 1